	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv 20010.1 – Stanovení obsahu popela a spalitelných látek gravimetricky	Vydání	2
		Revize	2

STANOVENÍ OBSAHU POPELA A SPALITELNÝCH LÁTEK GRAVIMETRICKY

1 Rozsah a účel


Metoda je určena pro stanovení obsahu spalitelných látek ve vzorcích organických, organominerálních hnojiv, včetně typových substrátů a zemin.

2 Princip

Obsah organického podílu (spalitelných látek) se stanoví gravimetricky jako hmotnostní úbytek spalováním vzorku v peci při definované teplotě do konstantní hmotnosti. Lze použít jak vysušené, tak nevysušené vzorky, které jsou před stanovením upraveny.

3 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 Sušárna s regulací teploty.
- 3 Porcelánová miska.
Příprava: Miska se žihá 2 h při teplotě $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$, nechá vychladnout v exsikátoru a pak se stanoví hmotnost prázdné misky (hmotnost m_0).
- 4 Exsikátor.
- 5 Muflová pec s regulací teploty.
- 6 Laboratorní mlýnek, (např. kulový mlýn).
- 7 Síta s velikostí otvorů 0,5 mm, 2 mm.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv 20010.1 – Stanovení obsahu popela a spalitelných látek gravimetricky	Vydání	2
		Revize	2

4 Postup

4.1 Příprava vzorku

Vzorky se podle typu materiálu upraví podle postupů JPP ÚKZÚZ, rozmělní se na požadovanou jemnost mletí a stanoví se sušina při teplotě (105 ± 5) °C do konstantní hmotnosti podle JPP ÚKZÚZ 20001.1 Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny. Vysušený vzorek se uchovává v exsikátoru a použije se pro navážku ke stanovení spalitelných látek.

Poznámky

- 1 Sušinu při (105 ± 5) °C je výhodné stanovit v kelímku, ve kterém se následně stanoví spalitelné látky.
- 2 Pokud se vzorek nenaváží pro stanovení spalitelných látek v den, kdy byla stanovena sušina, je nutné vzorek znovu vysušit 30 min v sušárně při (105 ± 5) °C.
- 3 Pro stanovení spalitelných látek lze použít i vzorek nevysušený nebo vysušený na vzduchu.


4.2 Stanovení obsahu spalitelných látek

Do přežíhané porcelánové misky (hmotnost m_0) se naváží (2 – 5) g vzorku s přesností 0,001 g. Zaznamená se hmotnost misky se vzorkem (m). Vzorek se vloží do studené pece, u které se zvolna zvyšuje teplota až do požadované teploty. Požadovaná hodnota spalování pro kaly, komposty, čerstvé komposty, sedimenty, rašeliny, rašelinové zeminy a průmyslové komposty je (550 ± 10) °C a substráty a typové zeminy je (450 ± 10) °C. Teplota spalování se udržuje po dobu 6 h. Miska se vzorkem se nechá vychladnout v exsikátoru. Po vychladnutí se zváží miska se vzorkem s přesností na 0,001 g. Vzorek se opět umístí do pece a spaluje se další 1 h. Po vychladnutí v exsikátoru se opět zváží. Tento postup se opakuje, dokud dvě po sobě jdoucí nezávislá vážení se liší nejvýše o 0,01 g (m_1).

V každé sérii vzorků se provede i stanovení vhodného IRM.

Poznámky

- 4 Je výhodné používat muflové pece s programovatelným průběhem procesu spalování.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv 20010.1 – Stanovení obsahu popela a spalitelných látek gravimetricky	Vydání	2
		Revize	2

5 Výpočet a vyjádření výsledků

5.1 Výpočet obsahu spalitelných látek – použita navážka vysušeného vzorku

Obsah spalitelných látek v sušině vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v procentech (w_{SP}) se vypočte podle vztahu

$$w_{SP} = \frac{(m - m_1) \times 100}{(m - m_0)} \quad (\%)$$

m_0 hmotnost prázdné misky (g),

m hmotnost misky se vzorkem před žiháním (g),

m_1 hmotnost misky se vzorkem po žihání (g).

5.2 Výpočet obsahu spalitelných látek – použita navážka nevysušeného nebo vzorku vysušeného na vzduchu

Obsah spalitelných látek v sušině vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v procentech (w_{SP}) se vypočte podle vztahu

$$w_{SP} = 100 - \left[\left(\frac{m_1 - m_0}{m - m_0} \right) \times \frac{100}{w_s} \times 100 \right] \quad (\%)$$

m hmotnost misky se vzorkem před žiháním (g),

m_1 hmotnost misky se vzorkem po žihání (g),


m_0 hmotnost prázdné misky (g),

w_s sušina vzorku (%).

5.3 Výpočet obsahu popela ve vysušeném vzorku

Obsah popela ve vysušeném vzorku v procentech (w_P) se vypočítá podle vztahu

$$w_P = 100 - w_{SP} \quad (\%)$$

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv 20010.1 – Stanovení obsahu popela a spalitelných látek gravimetricky	Vydání	2
		Revize	2

5.4 Výpočet poměru C : N

Z hodnot obsahu spalitelných látek gravimetrickou metodou a obsahu celkového dusíku v hnojivu stanoveného metodou podle Jodlbauera se vypočte poměr C : N podle vztahu

$$C : N = \frac{W_{SP/S}}{2 \times N_{(c)/S}}$$

$W_{SP/S}$ obsah spalitelných látek v sušině vzorku (%),

$N_{(c)/s}$ obsah celkového dusíku v sušině vzorku (%).

Poznámky

- 5 *V závislosti na matrici hnojiva se výsledky obsahu spalitelných látek mohou vyjadřovat v původním vzorku nebo v sušině.*
- 6 *Poměr C : N lze vyjádřit i pomocí stanovení prvků C a N stanovených metodou elementární analýzy.*

6 Literatura

- 1 Příloha č. 2 vyhlášky 309/2021 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 12.
- 2 ČSN 46 5730 - Rašeliny a rašelinové zeminy.
- 3 ČSN 46 5733 - Rašelinné substráty.
- 4 ČSN 46 5735 - Průmyslové komposty.
- 5 ČSN EN 13039 (83 6638) – Pomocné půdní látky a substráty – Stanovení organických látek a popela.
- 6 ČSN EN 15935 (838126) – Kaly, upravený bioodpad, půdy a odpady - Stanovení ztráty žiháním.
- 7 JPP ÚKZÚZ, postup č. 20241.1 – Příprava vzorků k analýze.
- 8 JPP ÚKZÚZ, postup č. 20373.1 – Příprava vzorků typových substrátů a zemin pro chemické a fyzikální zkoušky.
- 9 JPP ÚKZÚZ, postup č. 20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny.